

Les microscopes électroniques

<http://chemphys.u-strasbg.fr/mpb/teach/coursenligne.html>

Julien Bortoluzzi
Benjamin Malatrait
Ludovic Ribstein

Professeur
Marie-Paule BASSEZ

projet tutoré
2ème année DUT Chimie 2011-2012

SOMMAIRE

- I) Introduction
- II) Quelques dates
- III) Le Microscope électronique en transmission
- IV) Le Microscope électronique à balayage
- V) Images aux microscopes électroniques
- VI) Références bibliographiques

Les microscopes électroniques et le microscope à force atomique sont utilisés pour observer les structures organiques microscopiques (cf chapitre sur l'AFM) et les microorganismes.

I) Introduction [2]

Il existe trois types de microscopes: 1. optique, 2. à particules chargées, électrons et ions, 3. à champ proche (scanning probe).

Pouvoir de résolution:

En 1873, **Ernst Abbe** (allemand, 1840-1905) montre que le pouvoir de résolution d'un microscope a une limite imposée par le phénomène de diffraction. Pour que deux points distants de d donnent deux images distinctes il faut que: $d \geq 0,6 \lambda / n \cdot \sin \alpha$

n = indice de réfraction du milieu; n (air sous vide) = 1

α = demi-angle d'ouverture du faisceau incident entrant dans l'objectif.

α dépend du diamètre de la lentille optique et de sa distance focale.

Le produit ($n \sin \alpha$) est appelé ouverture numérique.

L'oeil est capable de distinguer 2 objets séparés par **0,2 mm**

et le microscope optique des objets séparés par **~200 nm**. Aujourd'hui, des atomes peuvent être observés. Au **Centre Ernst-Ruska**, Julich, Allemagne, a été installé en février 2012, un microscope électronique en transmission à balayage (S/TEM) dont la résolution atteint **50 pm**. [3]

Ce projet tutoré présente les microscopes électroniques.

II) Quelques dates

[4 et ref incluses]



[6] Louis de Broglie

[7] Ernst Ruska



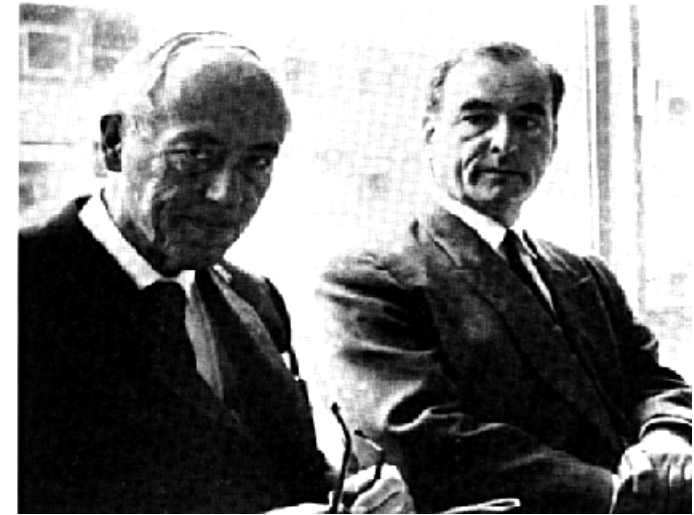
- **1924, Louis de Broglie** (1892-1987) associe à toute particule une onde de longueur d'onde $\lambda=h/p$ (thèse de doctorat).

Il obtint le prix Nobel de physique en 1929 "*pour sa découverte de la nature ondulatoire des électrons*".

- **1926, Hans Busch** montre qu'une bobine circulaire peut focaliser un faisceau d'électrons selon la même loi que celle qui gouverne la focalisation de la lumière par des lentilles optiques en verre. Il crée l'optique électronique.

- **~1933, Max Knoll et Ernst Ruska** (1906-1988, Nobel physique 1986 "*for his fundamental work in electron optics, and for the design of the first electron microscope*") construisent le premier microscope électronique en transmission dont la résolution est de quelques nm (Berlin Technische Hochschule).

- **1935: Max Knoll** conçoit un système de balayage des électrons. *La focalisation des électrons par une lentille électronique peut varier en fonction de la nature du courant qui alimente la bobine de la lentille (en dents de scie ou en escalier).* Le faisceau pouvait ainsi balayer la surface de l'échantillon à 50 images /s. Les électrons étaient accélérés par 500-4000V.



Max Knoll(g) Ernst Ruska(dr)
1967 [7]

- **1938: Manfred von Ardenne** (allemand) installe des bobines de balayage sur un microscope en transmission. C'est le premier MEBT microscope à balayage par transmission (STEM, scanning transmission electron microscope). Il permit l'étude d'échantillons très fins en transmission. La première image obtenue fut celle d'un cristal de ZnO grossi 8000 fois. La résolution était de 50 à 100 nm. L'obtention de l'image fut réalisée en vingt minutes sur un film photographique.

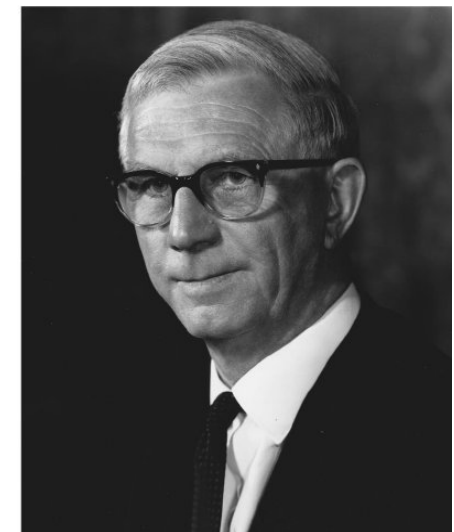
- **1934 puis 1942: Vladimir Zworykin** (russe, New Jersey) et **J Hillier et RL Snyder**, **publient** les détails du **premier MEB (SEM)**. Ce MEB permet l'analyse de surfaces opaques. Les électrons étaient accélérés sous 10keV et l'appareil était doté de trois bobines électrostatiques. Résolution=50nm. Le canon à électrons se trouvait en bas du microscope pour que la chambre d'analyse soit à bonne hauteur pour le manipulateur.



Vladimir Zworykin
[8]

"He tried to obtain a high current in a small probe, by using a field emission gun with a single-crystal tungsten point...The electron beam leaving the gun was accelerated to 10 keV." D. McMullan [5]

- **1952: Charles Oatley et Dennis McMullan** (anglais, Univ.Cambridge) **construisent le MEB1 ou SEM1**. Résolution=50nm. Mais surtout, on obtient une impression de relief de l'image caractéristique des MEB modernes.



Charles Oatley
[9]

1960: Thomas E Everhart et Richard F Thornley (américains) inventent le détecteur Everhart-Thornley (ET) qui permet de collecter les électrons secondaires au moyen d'un guide d'onde. Ce détecteur permet un développement rapide des MEB au détriment des MET.

- **1949: Raymond Castaing** (français) présenta le 1er microanalyseur X par sonde électronique appelée ensuite microsonde de Castaing. Il permet d'effectuer l'analyse du spectre de rayons X généré dans une cible par un faisceau d'électrons finement focalisé.



wikipedia-CAMECA archives

III) Le microscope électronique en transmission MET



Transmission Electron Microscope
TEM

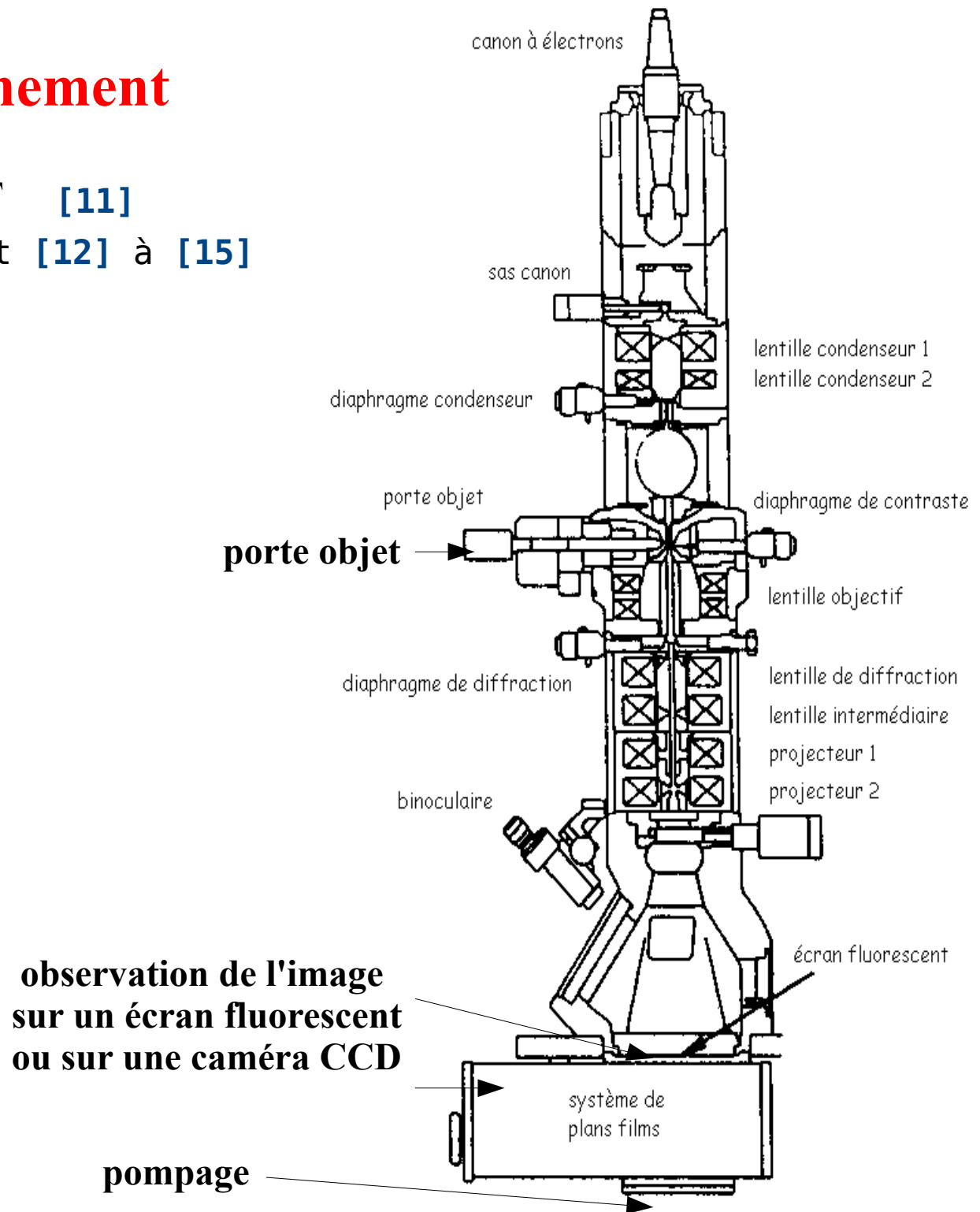
Fig. MET JEOL 2100F, IPCMS, Strasbourg
résolution en STEM: 0.11 nm=110 pm
résolution en TEM: 0.2 nm **[10]**



1er MET par Ernst Ruska,
1933
Deutsches Museum-Munich
wikimedia commons

Principe de fonctionnement

Fig. Schéma d'un MET [11]
consulter aussi [4]-FEI-p.5 et [12] à [15]



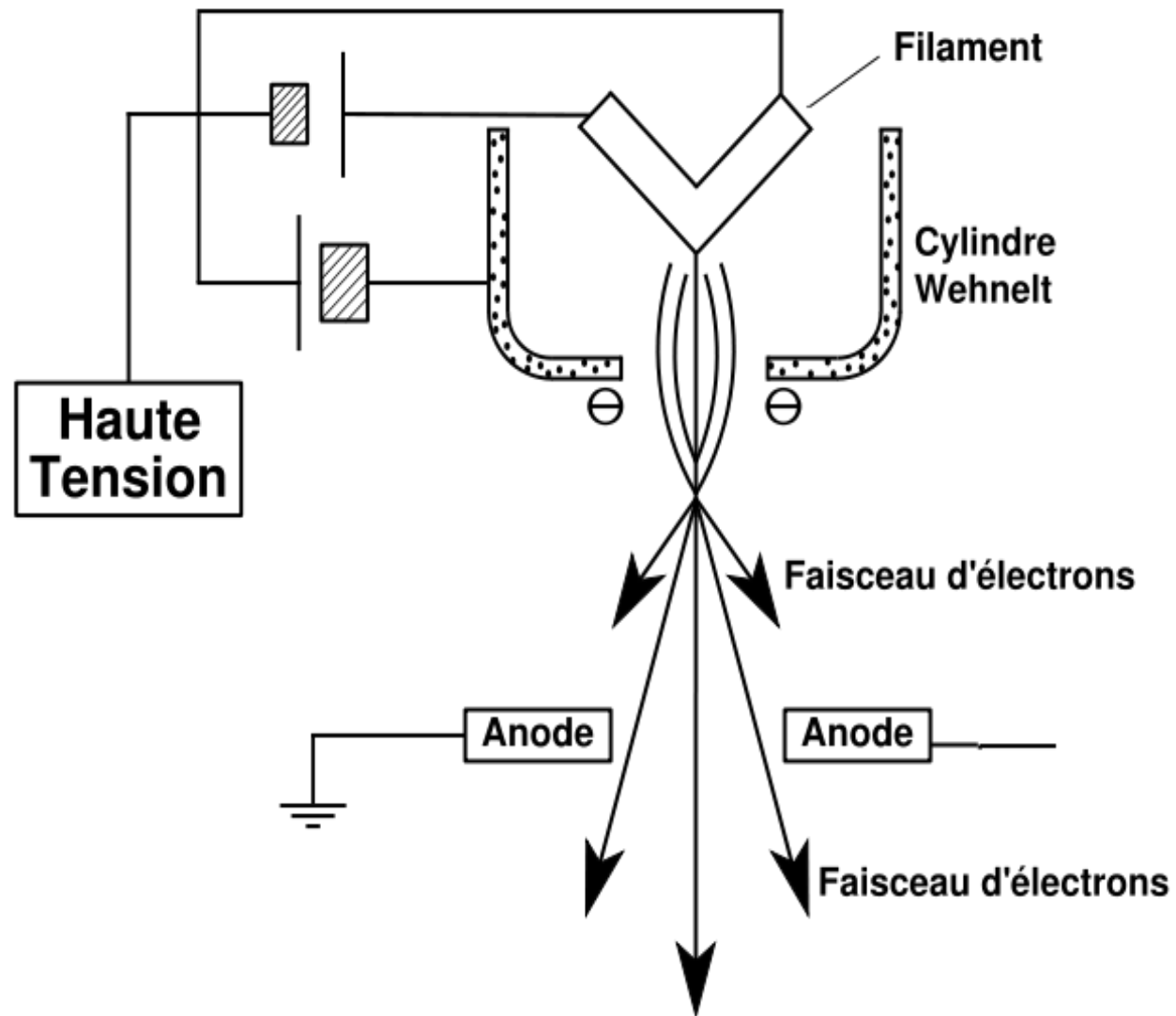


Fig. Le canon à électrons
wikimedia commons 2007

Le canon à électrons:

- Les électrons sont produits par **3 sources**: **W**, **LaB₆** et **FEG**.
 - * par une cathode chaude à **effet thermoionique**, lors du chauffage d'un filament de tungstène (**W**) à $\sim 2700\text{K}$, ou d'un cristal d'hexaborure de lanthane (**LaB₆**, lanthanum hexaboride ou "lab six") à $\sim 1800\text{K}$. Les électrons sont accélérés par la forte tension d'une anode positive (jusqu'à 200 kV dans le JEOL 2100F, jusqu'à 300 kV dans le Philips CM30 avec LaB₆ et aussi 3MeV).
 - * par une cathode froide à **émission de champ**. Ils sont arrachés par effet tunnel, d'une pointe en W extrêmement fine, sous une tension de $\sim 1\text{ kV}$. La source s'appelle canon à émission de champ (canon **FEG**, Field Emission Gun).
- **Le Wehnelt** est un cylindre autour de la pointe. Il est à un potentiel légèrement négatif (qq 10kV) pour **focaliser** les électrons.

L'objet a une épaisseur très mince : $\sim 100, 200\text{nm}$

L'écran d'observation est un écran fluorescent qui émet de la lumière jaune/verte sous l'impact des électrons ou un film photographique ou une caméra.

Les lentilles encadrant l'objet:

Une lentille ou bobine magnétique est formée par un enroulement de spires parcourues par un courant. Elle permet de déplacer le faisceau d'électrons. Les champs magnétiques créés sont de l'ordre du tesla.

- **Les lentilles 1 et 2:**

Elles changent la **densité** du courant d'électrons et l'**ouverture** du faisceau et permettent de condenser le faisceau sur quelques nm jusqu'à 0,1 mm de la surface de l'objet. Plus la tache électronique est réduite, plus l'analyse est précise et le grandissement du microscope élevé.

- **Un jeu de lentilles**, en aval de l'échantillon forme l'image agrandie de l'objet.

La lentille-objectif, la plus proche de l'échantillon a une distance focale de l'ordre du mm. La résolution en dépend. Dans le plan focal de la lentille objectif, se forme la **figure de diffraction**, représentant les caractéristiques géométriques de l'objet et notamment sa périodicité.

L'image observée de l'objet est celle obtenue:

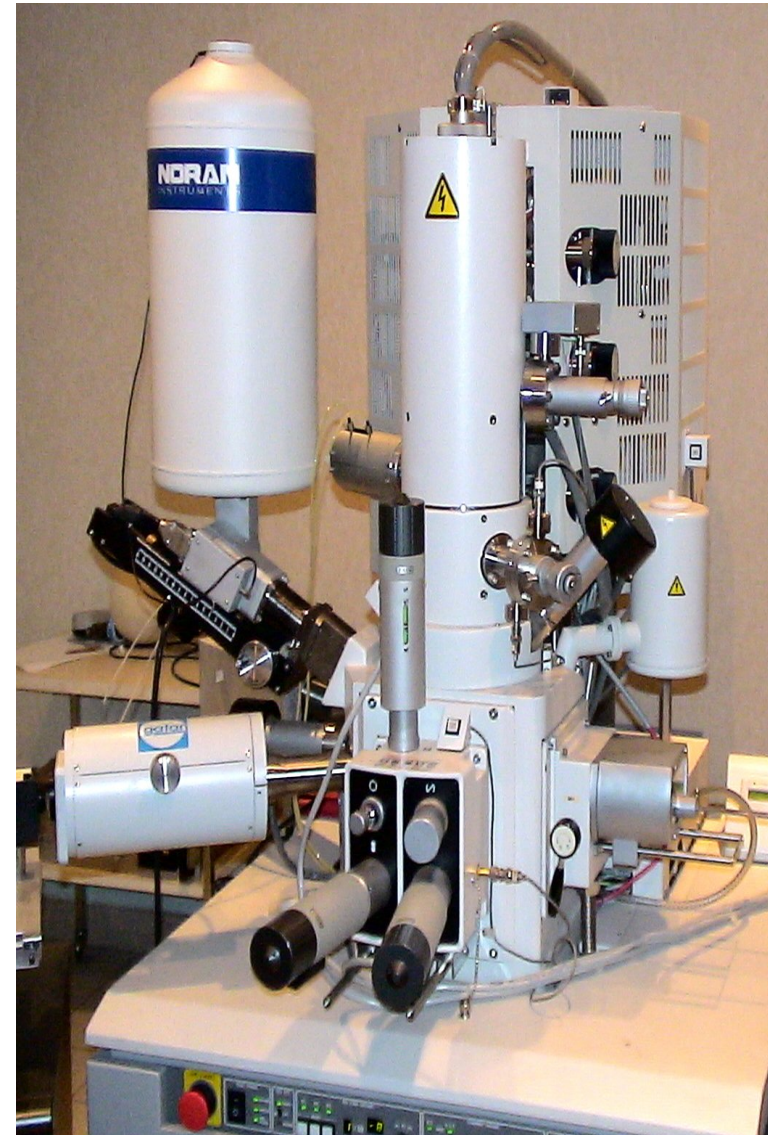
- * soit dans le plan focal de la lentille objectif, dans le mode diffraction,
- * soit dans le plan image de la lentille objectif, dans le mode image.

IV) Le microscope électronique à balayage MEB

Scanning Electron Microscope
SEM

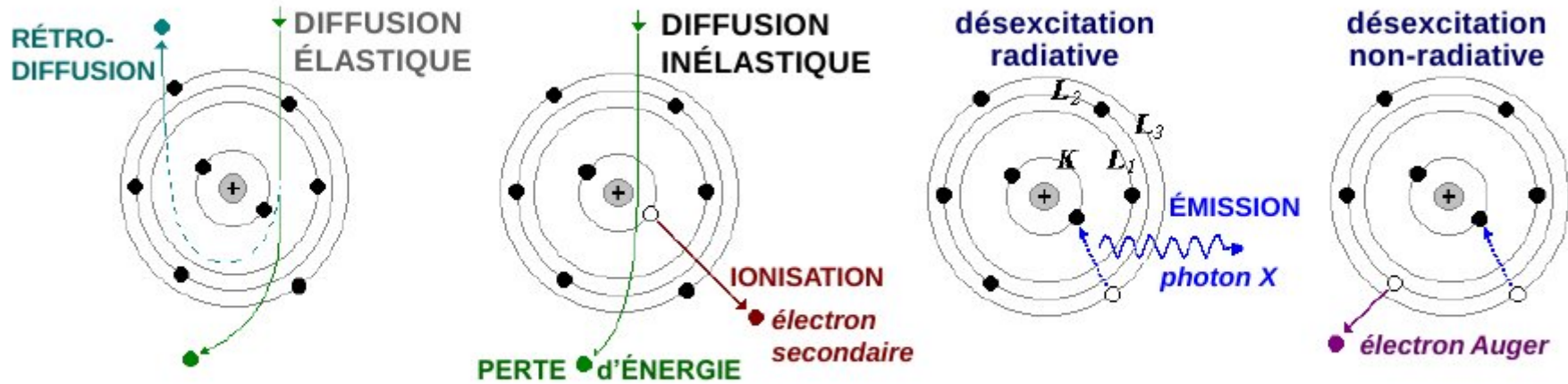
Pour obtenir des images de la
surface d'un échantillon.
Cette technique est caractérisée par
un effet de relief de l'image.

Fig. Hitachi [16]
MEB à émission de champ S4700
(SEM field emission S4700)

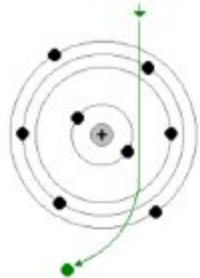


Diffusion des électrons: [13 p.10 avec l'autorisation de Thierry EPICIER]

■ PHYSIQUE de la DIFFUSION (*scattering*)



INTERACTIONS ÉLECTRON-ATOME : processus élémentaires ÉLASTIQUES - INÉLASTIQUES



Diffusion élastique à 'grands angles'

- Met en jeu l'interaction attractive ÉLECTRON – NOYAU

Diffusion élastique à 'petits angles'

- Associée à la possibilité d'interférences constructives (diffraction de BRAGG):

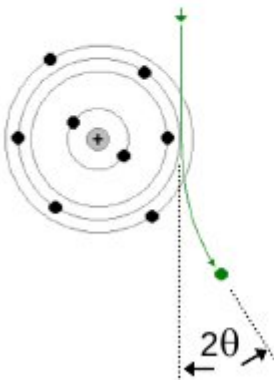
$$2d_{hkl}\sin\theta = \lambda$$

En microscopie électronique, $\lambda = 0.0251 \text{ \AA}$ à $U = 200 \text{ kV}$

Les distances inter-réticulaires d_{hkl} sont de l'ordre de l' \AA :

$$\sin\theta = 0.0251/2 = 0.0125 \text{ Rad} = 12.5 \text{ mRad} = 0.76^\circ \text{ ('petits angles')}$$

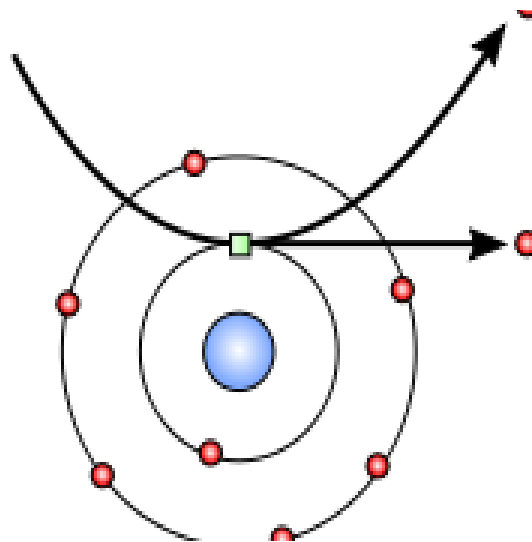
- Met en jeu les interactions ÉLECTRON – CORTÈGE ÉLECTRONIQUE
+ ÉLECTRON – NOYAU



Electron secondaire: Un électron primaire du faisceau incident entre en collision avec l'échantillon. Quand il interagit avec les électrons d'un atome, il ressort avec **perte d'énergie**. Un électron secondaire est émis, l'atome est ionisé. C'est le processus d'**interaction ou diffusion inélastique**.

L'électron primaire peut aussi subir une interaction inélastique avec un électron libre entre deux plans atomiques d'un matériau cristallin analysé [17 p.132].

La détection de ces électrons fournit une information sur la topographie de l'échantillon sur une profondeur de 10 nm. L'analyse de ces électrons permet d'obtenir une image caractéristique de la surface. Ces électrons représentent un bon outil pour l'observation des contours, de la morphologie de l'échantillon.



électron secondaire

Fig. Emission d'un électron secondaire

wikimedia commons 2006

Electron rétrodiffusé: (back-scattered electron)

Un électron primaire du faisceau incident entre en collision avec l'échantillon. Il ressort sans perte d'énergie, en gardant son énergie cinétique et sa quantité de mouvement. Il n'a pas échangé d'énergie avec les atomes de l'échantillon. Il a subi une interaction coulombienne avec les atomes "diffuseurs". C'est le processus d'**interaction ou diffusion élastique**. L'électron incident est rétrodiffusé élastiquement.

"Les centres diffuseurs qui induisent dans leur environnement un champ électrique très intense peuvent faire subir à l'électron un changement de direction allant jusqu'à 180°." [17]

Plus le numéro atomique de l'atome est élevé, plus le signal est intense et plus la zone de l'image est claire. C'est le contraste de phase. **L'image obtenue est donc fonction de la composition chimique de l'échantillon.**

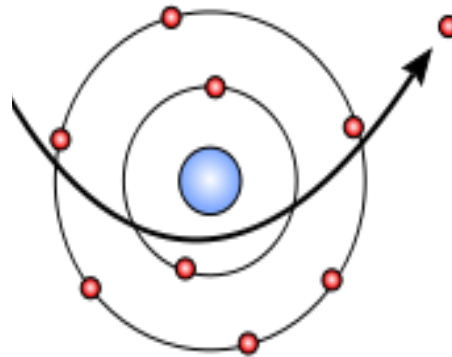


Fig. Emission d'un électron rétrodiffusé

wikimedia commons 2006

Emission d'un photon X:

Un électron primaire du faisceau incident entre en collision avec l'échantillon. Un électron d'une couche interne est éjecté. Il est remplacé par un électron d'une couche supérieure. Un photon d'énergie égale à la différence entre les deux niveaux d'énergie électronique est émis. Le vide de la couche supérieure est comblé par un autre électron d'une couche encore supérieure avec émission d'un photon. Une cascade est ainsi créée.

L'étude des photons X permet une analyse quantitative de la composition chimique de l'échantillon.

consulter aussi [\[20\]](#)

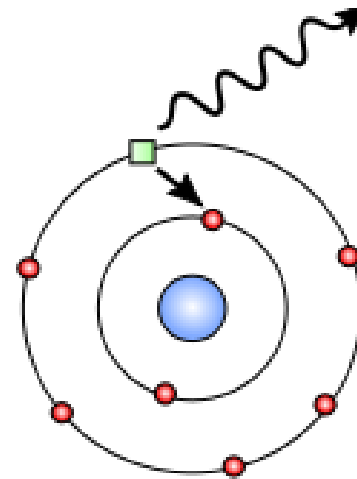
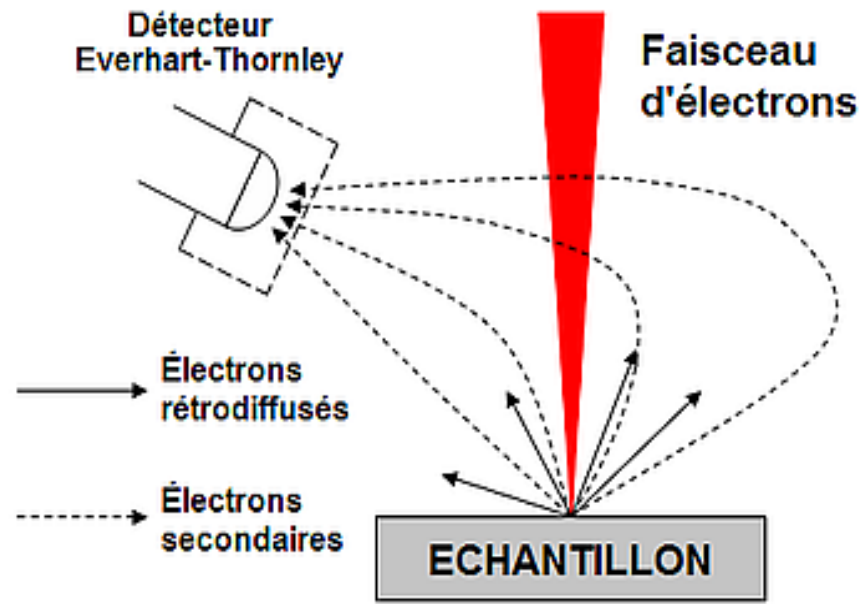


Fig. Emission d'un photon X

wikimedia commons 2006

Détecteur Everhart-Thornley [18-19]

Ce détecteur est entouré, pour sa partie récoltante, d'une cage électrique attirant les électrons considérés: on collecte les électrons secondaires et rétrodiffusés. La détection des électrons secondaires est primordiale et c'est cette détection qui permet d'obtenir une image en « relief » avec un MEB. Ce détecteur est toujours utilisé aujourd'hui dans les MEB modernes.



Wikimedia commons 2007

Principe de fonctionnement

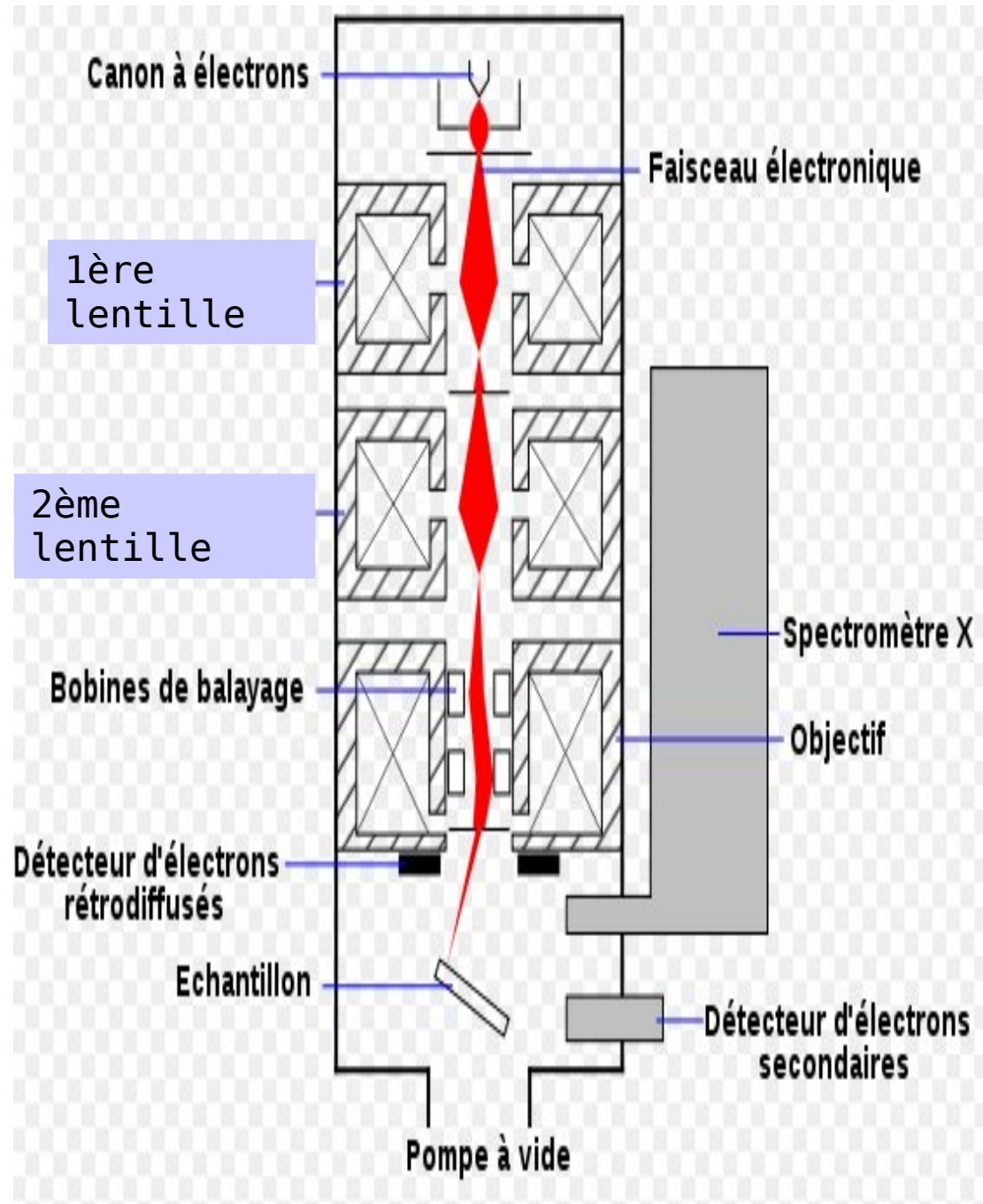



Fig. Schéma d'un MEB
consulter aussi: [20]



Contrairement au MET et au microscope optique, l'image n'est pas formée par une lentille objectif. L'image est formée de manière séquentielle en balayant la surface de l'échantillon par un faisceau d'électrons. Le MEB fournit des images de la surface en relation avec le mode de diffusion des électrons par l'échantillon.

Le nombre d'électrons secondaires et rétrodiffusés émis varie en fonction du point d'impact du faisceau d'électrons sur la surface. Ces électrons sont détectés dans des détecteurs. Une image est obtenue en relation avec l'intensité du courant électrique produit en chaque point de la surface. La topographie de l'échantillon est ainsi obtenue.

Film de présentation d'un MEB

Jacques FAERBER , de l'Institut de Physique et Chimie des Matériaux de Strasbourg, ICPMS, nous a montré le mode de fonctionnement d'un MEB:
le JEOL-6700F.

Pour accéder à la vidéo, cliquer sur le lien ci-dessous:

>Présentation du MEB<

Les différentes particules émises, électrons secondaires, rétrodiffusés et photons X permettent une polyvalence d'analyse. Une analyse en fluorescence X locale peut être réalisée sur une zone rectangulaire ou sur un point de l'échantillon ($1\mu\text{m}^3$) et permet une analyse en composition chimique. Il faut réussir à faire des compromis pour obtenir la meilleure analyse possible.

consulter aussi [\[10\]](#) et [\[21\]](#)

V) Images aux microscopes électroniques



Fig. Hydrothermal Worm
[4]

Instrument used: FEI Quanta SEM; Magnification: 525x;
Horizontal Field Width: 568 μ m; Vacuum: 10⁻⁴ mbar; Voltage: 10 kV; Detector: SE
Spot: 3 nA; Working Distance: 10 mm; *Courtesy of Philippe Crassous*

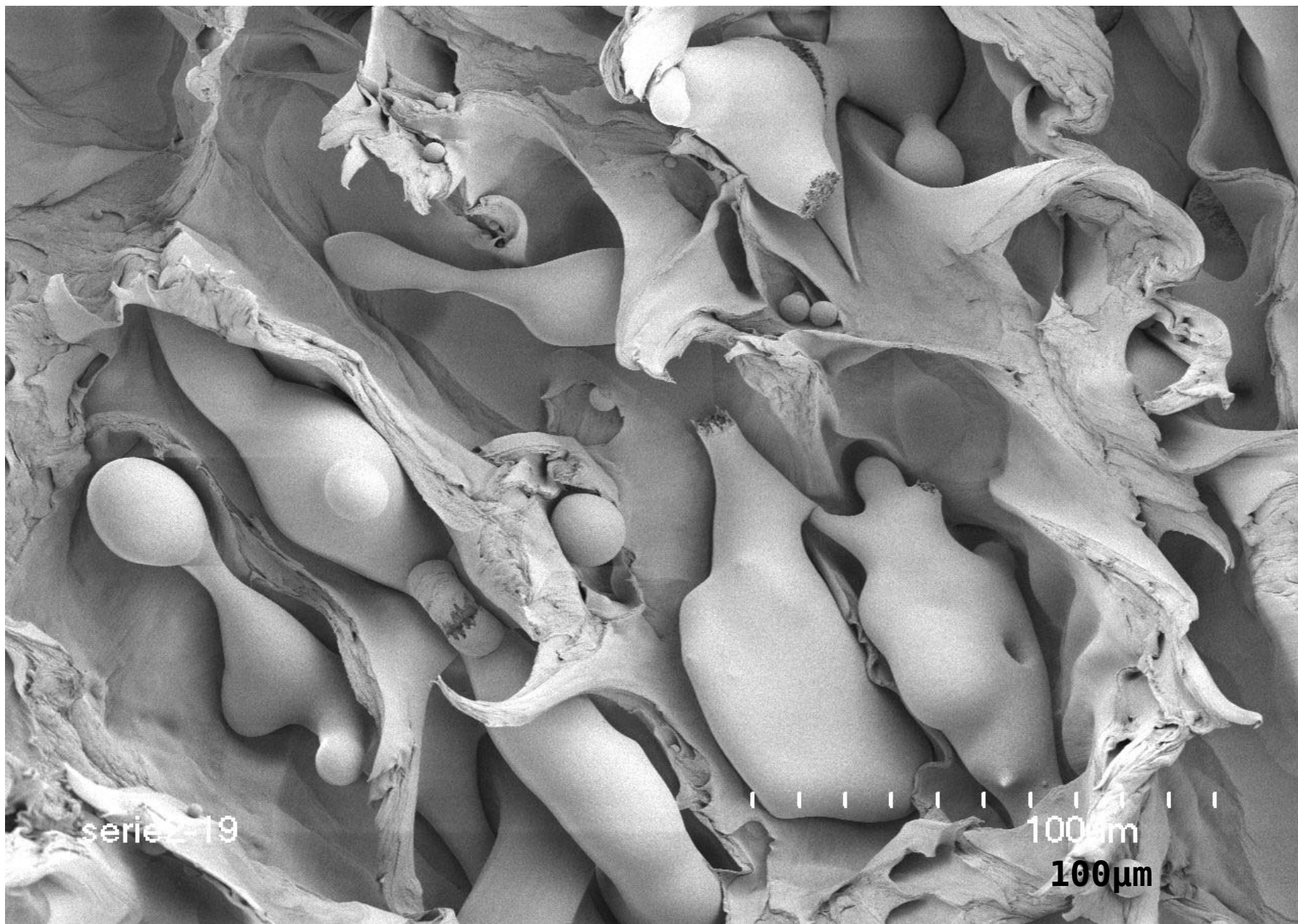


Fig. Image MEB d'un polymère nanostructuré

[16 avec autorisation du Centre Commun de Microscopie (CCM) de Lille]

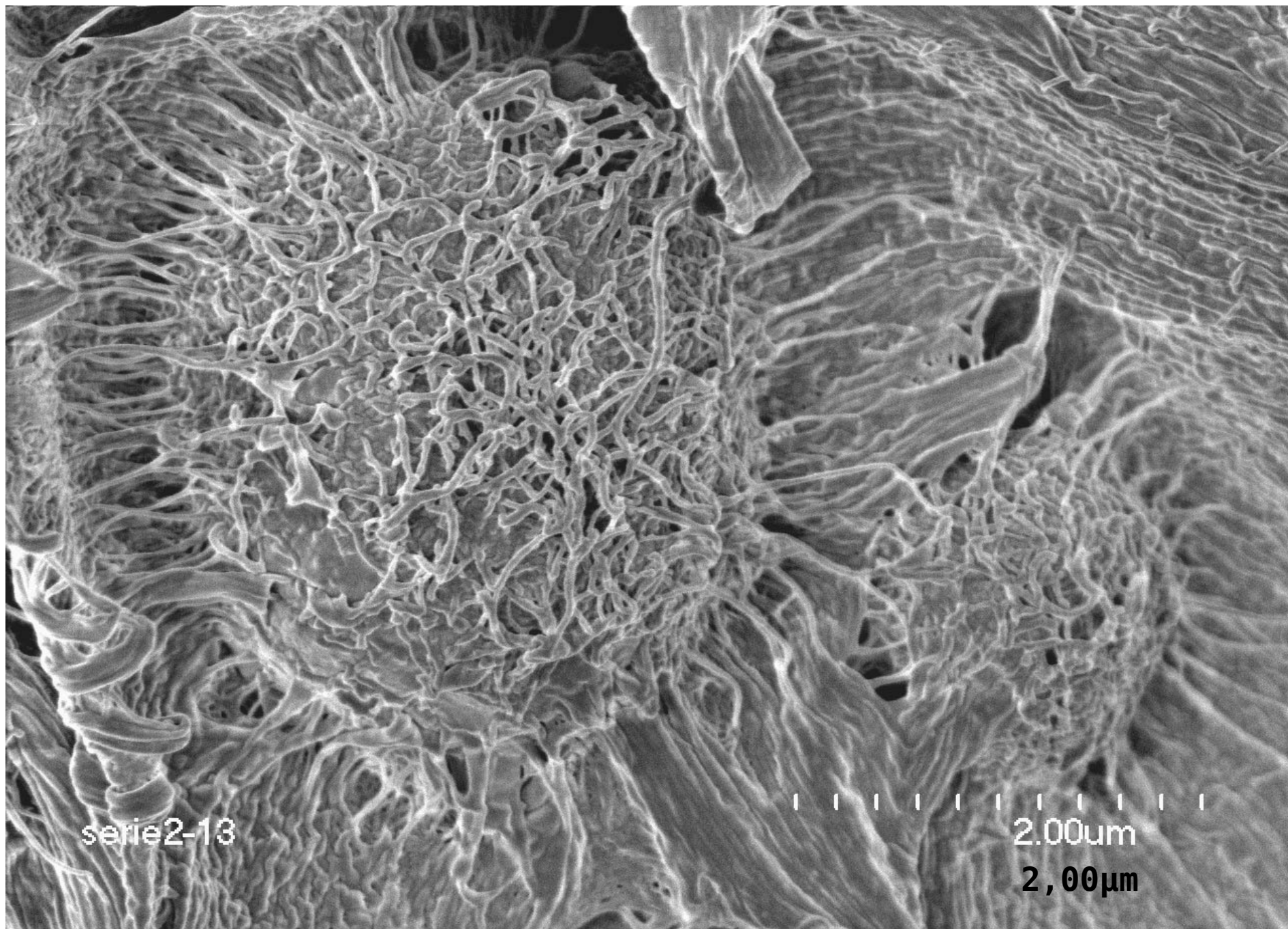


Fig. Image MEB d'un polymère nanostructuré
[16 avec autorisation du Centre Commun de Microscopie (CCM) de Lille]

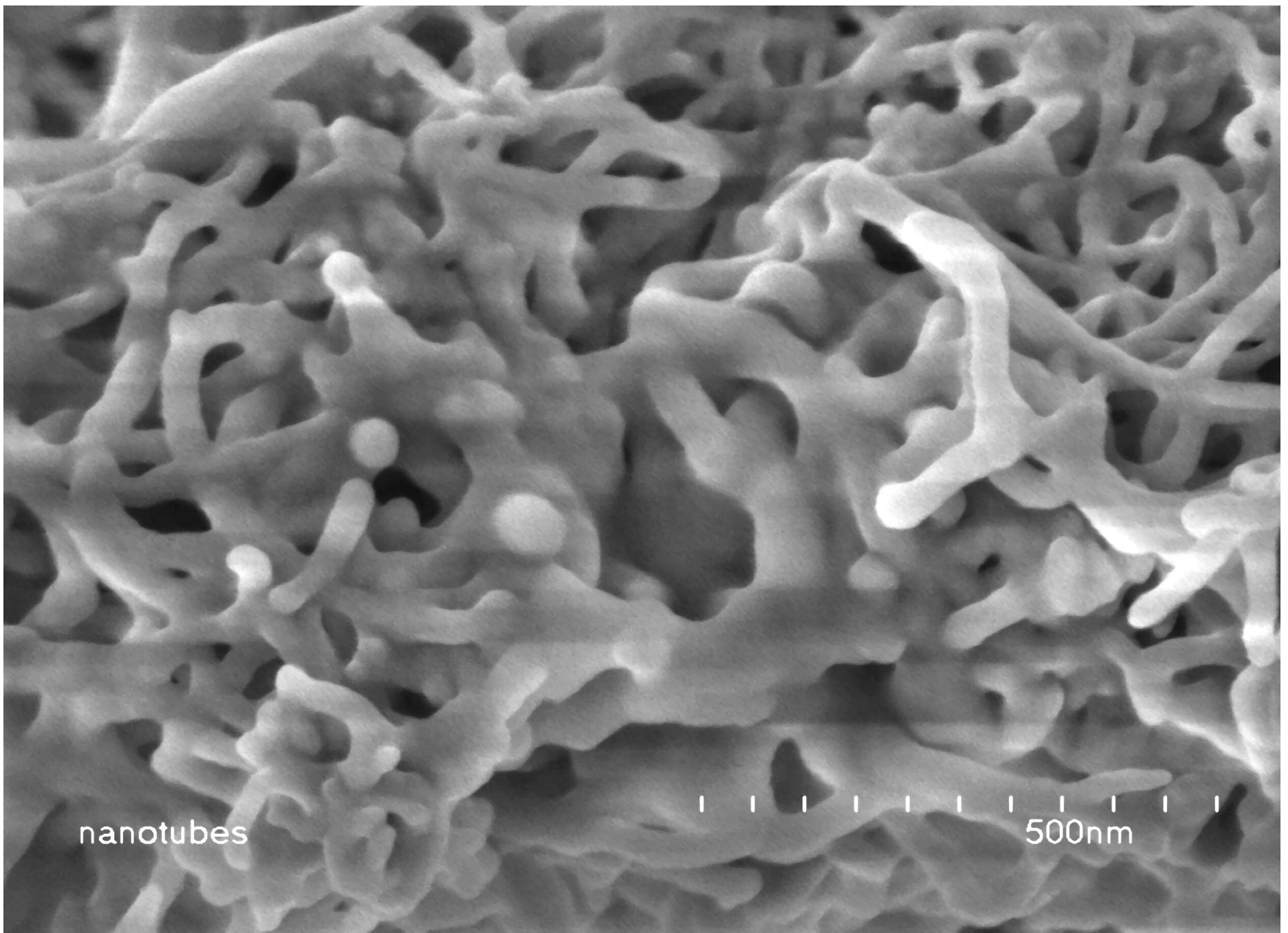


Fig. Image MEB d'un polymère nanostructuré
[16 avec autorisation du Centre Commun de Microscopie (CCM) de Lille]

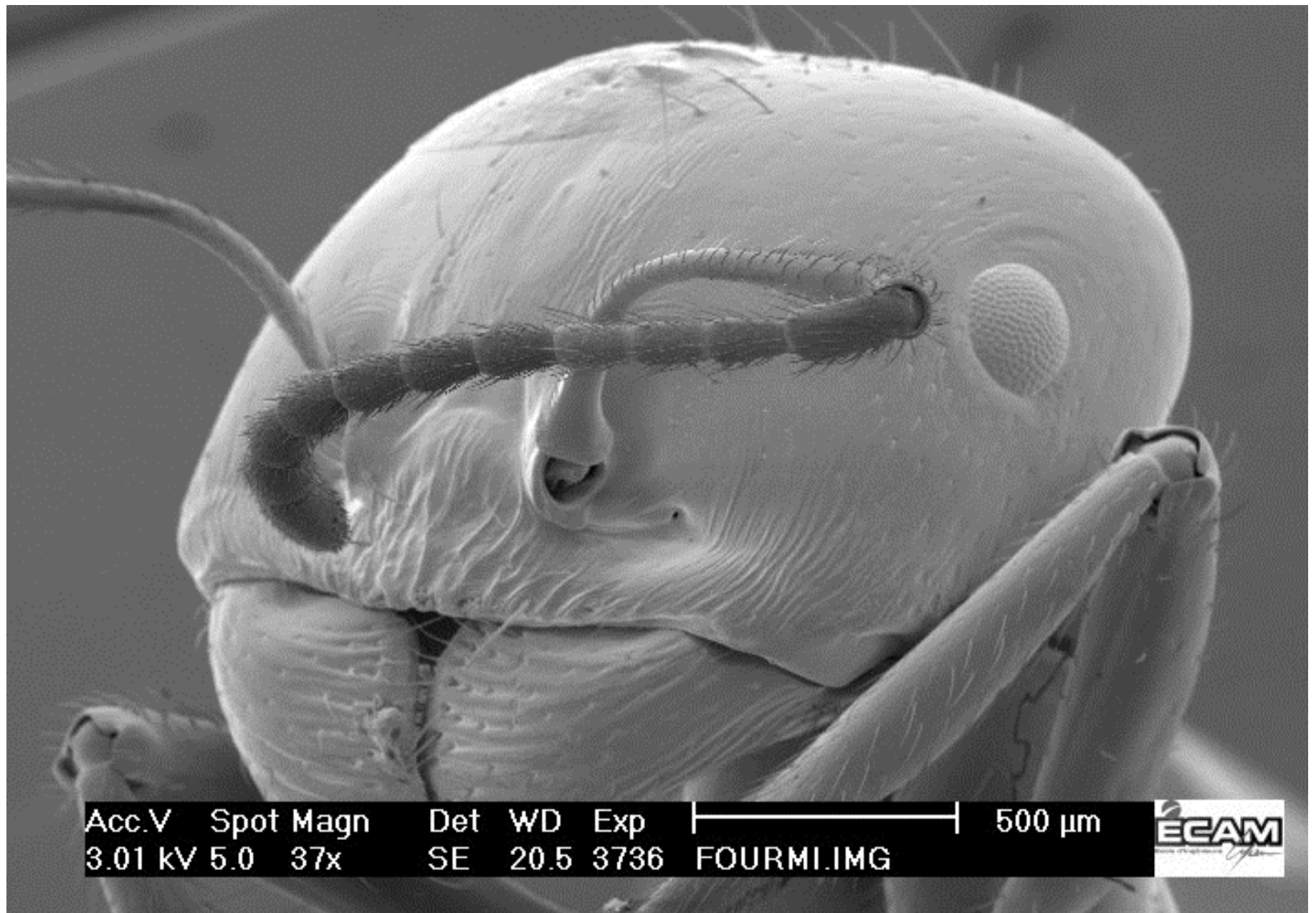


Fig. La tête d'une fourmi [20]

Tension d'accélération appliquée: $V = 3,01$ kV.
L'échantillon mesure environ 1 mm x 1 mm

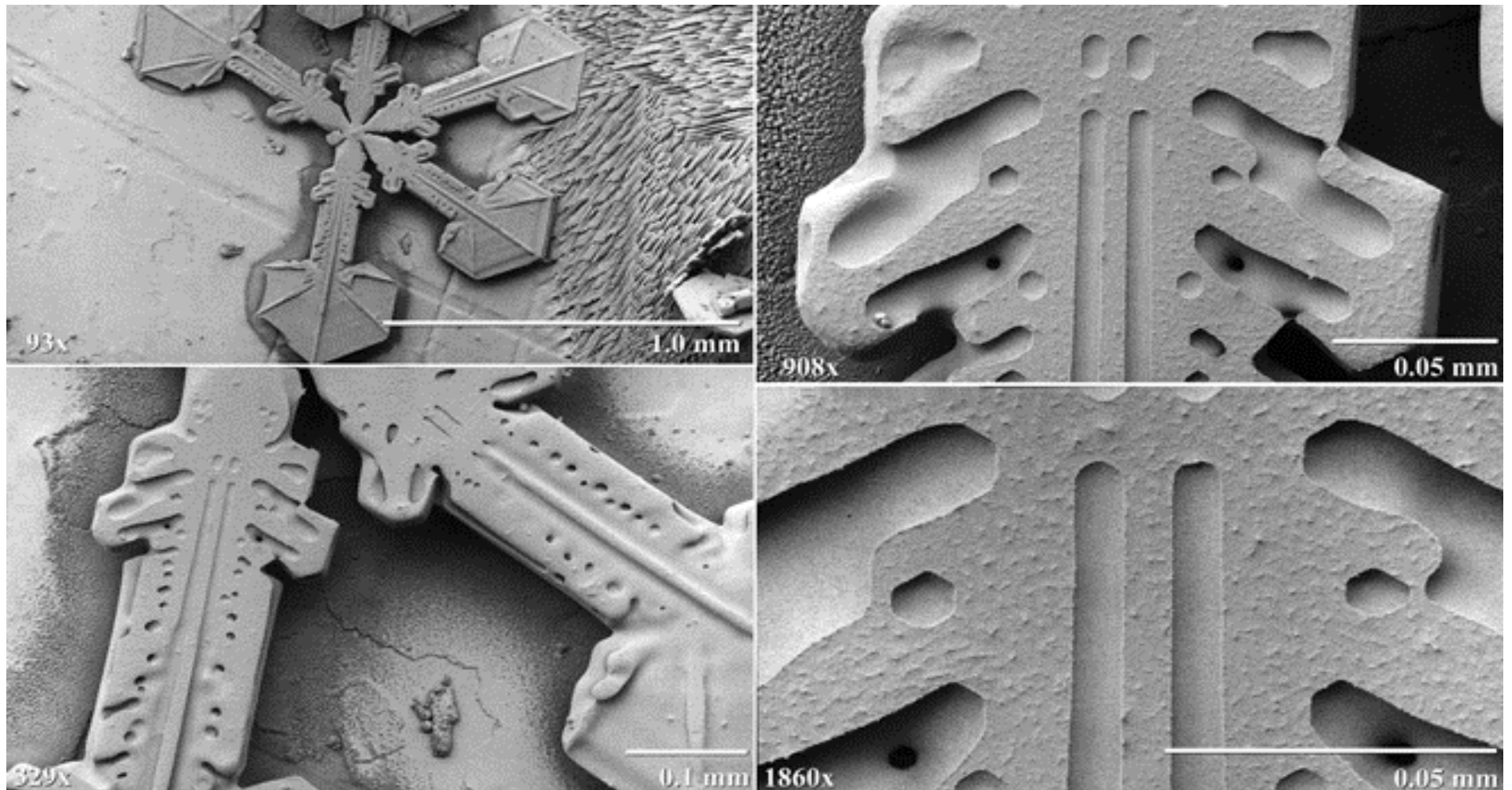


Fig. Image MEB d'un cristal de neige à différents grossissements [22]

On peut remarquer la polyvalence du MEB concernant les grossissements : sur la dernière photo, la taille de l'image est d'un dixième de millimètre tandis que sur la première, elle est de 2 millimètre.

Remerciements

Dans le cadre de ce projet tutoré, nous aimerions remercier:

- * Madame Marie-Paule BASSEZ, professeur de Chimie-Physique, à l'IUT, pour nous avoir donné l'idée de ce projet tutoré et pour avoir bien voulu l'encadrer.
- * Madame Catherine JEUNESSE, maître de conférences en chimie organique à l'IUT, pour nous avoir permis d'obtenir un rendez-vous à l'Institut de Physique et Chimie des Matériaux de Strasbourg, ICPMS.
- * Monsieur Jacques FAERBER, ingénieur d'étude, travaillant au Département surfaces et interfaces (DSI) de l'IPCMS pour nous avoir présenté le MEB.



Références bibliographiques

- [1] Logo de ChemPhys, serveur et site scientifique et pédagogique
[//chemphys.u-strasbg.fr](http://chemphys.u-strasbg.fr)
- [2] Peter HAWKES, *Electrons et Microscopes, vers les nanosciences*, Belin CNRS ed.1995.
- [3] FEI-S/TEM au Centre Ernst Ruska, 2012
[//investor.fei.com/releasedetail.cfm?ReleaseID=652772](http://investor.fei.com/releasedetail.cfm?ReleaseID=652772)
- [4] * FEI, *An introduction to Electron Microscopy*, 2012
[//www.fei.com/applications/resources](http://www.fei.com/applications/resources)
* Dennis McMULLAN, *SEM 1928-1965*,1993,
[//www-g.eng.cam.ac.uk/125/achievements/mcmullan/mcm.htm#Invention%20of%20Scanning](http://www-g.eng.cam.ac.uk/125/achievements/mcmullan/mcm.htm#Invention%20of%20Scanning)
* André PERRIN, *MEB*, Rennes-I
[//www.cmeba.univ-rennes1.fr/Principe_MEB.html](http://www.cmeba.univ-rennes1.fr/Principe_MEB.html)
- [5] Dennis McMULLAN, *The early development of the scanning electron microscope*, in *Biological low-voltage scanning electron microscopy*, Heide Schatten et James Pawley ed. Springer 2008, p.1-26.
- [6] *Louis de BROGLIE*
[//www.nobelprize.org/nobel_prizes/physics/laureates/1929](http://www.nobelprize.org/nobel_prizes/physics/laureates/1929)
[//aflb.ensmp.fr/oeuvres.html](http://aflb.ensmp.fr/oeuvres.html)

- [7] * *The Nobel Prize in Physics 1986*.
[//www.nobelprize.org/nobel_prizes/physics/laureates/1986](http://www.nobelprize.org/nobel_prizes/physics/laureates/1986)
* Ernst RUSKA, *Nobel lecture 1986*
[//ernst.ruska.de/daten_e/mainframe_e.html](http://ernst.ruska.de/daten_e/mainframe_e.html)
[//ernst.ruska.de/daten_d/personen/personen_archiv/knoll_max/knoll.html](http://ernst.ruska.de/daten_d/personen/personen_archiv/knoll_max/knoll.html)
- [8] *Photographie de Vladimir ZWORYKIN*, Science heroes,
[//myhero.com/go/hero.asp?hero=v_zworykin](http://myhero.com/go/hero.asp?hero=v_zworykin)
- [9] Thomas E EVERHART, *Persistence pays off: Sir Charles Oatley and the scanning electron microscope*, J. Vac. Sci. Technol. B vol.14 n°6, 1996.
- [10] *Microscope électronique à transmission*, 2012.
[//www-ipcms.u-strasbg.fr/spip.php?rubrique582&lang=en](http://www-ipcms.u-strasbg.fr/spip.php?rubrique582&lang=en)
- [11] *Microscope électronique en transmission*, Science des Matériaux, Ecole Polytechnique de Lille, wikipedia 2008.
[//fr.wikipedia.org/wiki/Fichier:Scheme_TEM.gif](http://fr.wikipedia.org/wiki/Fichier:Scheme_TEM.gif)
- [12] J. GHANBAJA *Microscope électronique à transmission et ses techniques d'analyses*, Faculté des sciences, Nancy, 2008.
[//www.scmem.uhp-nancy.fr/index.html](http://www.scmem.uhp-nancy.fr/index.html)
- [13] Thierry EPICIER, *Imagerie des matériaux par microscopies, 2: Microscopie du "volume"*, *Microscopie électronique en transmission*, cours de Master-Recherche Matériaux, INSA_Lyon, 2010.
[//www.clym.fr/contenu/teaching_FR.html](http://www.clym.fr/contenu/teaching_FR.html) documents

[21] Jacques Faerber, *Microscopie électronique à balayage, Microanalyse X par sonde électronique*, ICPMS, Strasbourg, 2004.

www-ipcms.u-strasbg.fr/IMG/pdf/memento_meb_eds.pdf

[22] Brandom Keim *Snowflakes Under an Electron Microscope*, U.S. Department of Agriculture

www.wired.com/wiredscience/2010/12/snowflakes-by-microscope/?pid=830

- *Une liste d'adresses URL sur la Microscopie électronique:*
[//www.snv.jussieu.fr/bmedia/web/micro.htm](http://www.snv.jussieu.fr/bmedia/web/micro.htm)
- *MEB virtuel*
[//micro.magnet.fsu.edu/](http://micro.magnet.fsu.edu/) Scanning electron microscopy